## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

11-031612

(43)Date of publication of application: 02.02.1999

(51)Int.CI.

H01F 1/37

(21)Application number: 09-202191

(71)Applicant:

KUREHA CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing:

11.07.1997

(72)Inventor:

SUZUKI KEJICHIRO

TADA MASATO

#### (54) SOFT MAGNETIC RESIN COMPOSITION

#### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To raise withstand voltage and saturation magnetic flux density, while maintaining high permeability by combining at least one kind of oxide magnetic powder of Ni–Zn ferrite and Mg–Zn ferrite group and metallic magnetic powder, wherein an electrical insulation layer is formed in a surface as a soft magnetic material.

SOLUTION: An oxide magnetic powder and metallic magnetic powder are combined and used as a soft magnetic material. For the oxide magnetic powder, Ni–Zn ferrite and Mg–Zn ferrite are selected from among a number of ferrites and then used. The Ni–Zn ferrite has a composition which is expressed by a general formula (NiO)X(ZnO)YFe2O3. The Mg–Zn ferrite has a composition expressed by a general formula (MgO)X(ZnO)YFe2O3. The metallic magnetic powder wherein an electrical insulation layer is formed in a surface is formed by forming an electrical insulation layer in a surface of powder–like metallic soft magnetic material. Pure iron and iron base alloy soft magnetic materials are preferred for the metallic soft magnetic material.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

08.07.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

#### (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平11-31612

(43)公開日 平成11年(1999)2月2日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

FΙ

H01F 1/37

H01F 1/37

## 審査請求 未請求 請求項の数7 FD (全 7 頁)

· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
(21)出願番号	特顧平9-202191	(71)出願人 000001100
		<b>呉羽化学工業株式会社</b>
(22) 出顧日	平成9年(1997)7月11日	東京都中央区日本橋堀留町1丁目9番11号
		(72) 発明者 鈴木 啓一郎
		福島県いわき市錦町落合16 呉羽化学工業
		株式会社錦総合研究所内
		(72)発明者 多田 正人
		福島県いわき市錦町落合16 呉羽化学工業
		株式会社錦総合研究所内
		(74)代理人 弁理士 西川 繁明

# (54) 【発明の名称】 軟磁性樹脂組成物

# (57)【要約】

【課題】 高い透磁率を有すると共に、電気抵抗と飽和 磁東密度が高水準でバランスした軟磁性樹脂組成物を提 供すること。

【解決手段】 合成樹脂と軟磁性材料とを含有する軟磁性樹脂組成物において、該軟磁性材料が、Ni-Zn系フェライト及びMg-Zn系フェライトからなる群より選ばれる少なくとも一種の酸化物系磁性体粉末(A)、並びに、表面に電気絶縁層を形成した金属系磁性体粉末(B)を含有するものであることを特徴とする軟磁性樹脂組成物。

2

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 合成樹脂と軟磁性材料とを含有する軟磁性樹脂組成物において、該軟磁性材料が、Ni-Zn系フェライト及びMg-Zn系フェライトからなる群より 選ばれる少なくとも一種の酸化物系磁性体粉末(A)、並びに、表面に電気絶縁層を形成した金属系磁性体粉末(B)を含有するものであることを特徴とする軟磁性樹脂組成物。

1

【請求項2】 軟磁性材料が、酸化物系磁性体粉末 (A)10~90重量%と金属系磁性体粉末(B)90 ~10重量%とを含み、かつ、合成樹脂100重量部に 対する軟磁性材料(A+B)の配合割合が100~20 00重量部の範囲内である請求項1記載の軟磁性樹脂組 成物。

【請求項3】 酸化物磁性体粉末(A)が、空隙率5%以下のものである請求項1または2に記載の軟磁性樹脂組成物。

【請求項4】 金属系磁性体粉末(B)が、純鉄系また 必要があった。 は鉄基合金系の磁性体粉末の表面に電気絶縁層を形成し 【0004】一方、金属または合金からなる金属系軟磁 たものである請求項1ないし3のいずれか1項に記載の 20 性材料は、一般に飽和磁束密度が高いという特徴を持つ 軟磁性樹脂組成物。 反面、酸化物系軟磁性材料に較べて電気抵抗がかなり低

【請求項5】 金属系磁性体粉末(B)が、その表面に、電気絶縁層として金属酸化物膜及びケイ素酸化物膜からなる群より選ばれる少なくとも一種の酸化物膜が形成されたものである請求項1ないし4のいずれか1項に記載の軟磁性樹脂組成物。

【請求項6】 合成樹脂と軟磁性材料(A+B)との合計量100重量部に対して、低弾性率化剤を0.1~1 0重量部の配合割合でさらに含有する請求項1ないし5 のいずれか1項に記載の軟磁性樹脂組成物。

【請求項7】 合成樹脂が、ポリオレフィン、ポリアミド、ポリアリーレンスルフィド、及びエポキシ樹脂からなる群より選ばれる少なくとも一種である請求項1ないし6のいずれか1項に記載の軟磁性樹脂組成物。

## 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、合成樹脂と軟磁性 材料とを含有する軟磁性樹脂組成物に関し、さらに詳し くは、高い透磁率を有すると共に、電気抵抗と飽和磁束 密度が高水準でバランスした軟磁性樹脂組成物に関す る。

[0002]

【従来の技術】酸化第二鉄と二価の金属酸化物との化合物(MO・Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)は、高透磁率を示す軟磁性材料であり、一般に軟質(ソフト)フェライトと呼ばれている。軟質フェライトは、酸化物系軟磁性材料の中でも、粉末冶金の手法により製造することができ、硬くて軽量であるという特徴を有している。この軟質フェライトの中でも、Ni-Zn系フェライト及びMg-Zn系フェライトは、高い電気絶縁性を示すため、その焼結体は、

偏向ヨーク、髙周波トランス、磁気へッドなどの材料と して使用されている。

【0003】近年、軟質フェライトは、軽量で電気抵抗 が高いという特徴を活かして、その粉末を合成樹脂中に 分散した軟磁性複合材料(軟磁性樹脂組成物)が、チョ ークコイル、ロータリートランス、ラインフィルター、 電磁波遮蔽材料(EMIシールド材料)などとして、新 たな用途展開が図られている。軟磁性樹脂組成物は、合 成樹脂の分野で一般に適用されている各種成形法、例え 10 ば、射出成形、押出成形、圧縮成形などにより、所望の 形状の成形体に成形することができる。しかしながら、 酸化物系軟磁性材料である軟質フェライトの粉末を分散 させた軟磁性樹脂組成物を用いると、電気抵抗(電気絶 縁性)の高い成形体を得ることができるものの、酸化物 系軟磁性材料の飽和磁束密度が充分に高くないため、成 形体を上記の如き用途に適用する場合、動作可能な電流 を低く抑えるか、あるいは動作可能な磁場を低く抑える 必要があった。

【0004】一方、金属または合金からなる金属系軟磁性材料は、一般に飽和磁束密度が高いという特徴を持つ反面、酸化物系軟磁性材料に較べて電気抵抗がかなり低いという問題があった。例えば、ケイ素鋼板は、トランスコアとして広く使用されているが、電気抵抗が低いため、そのままでは使用できず、その薄板の間に絶縁板を挟んだ状態で使用されている。カルボニル鉄粉末は、圧粉磁芯として高周波用インダクタに使用されているが、電気抵抗が低いため、高い電圧が印加される部品には適さないという問題があった。Fe-Si-B合金は、主としてリボン状にして使用されているが、電気抵抗が低いため、冷にないという問題があった。Fe-Si-B合金は、主としてリボン状にして使用されているが、電気抵抗が低いため、絶縁ケースに入れる必要があった。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、合成 樹脂と軟磁性材料とを含有する軟磁性樹脂組成物であっ た、高い透磁率を有すると共に、電気抵抗と飽和磁束密 度が高水準でバランスした軟磁性樹脂組成物を提供する ことにある。本発明者らは、前記従来技術の問題点を克 服するために鋭意研究した結果、合成樹脂と軟磁性材料 とを含有する軟磁性樹脂組成物において、該軟磁性材料 として、Ni-Zn系フェライト及びMg-Zn系フェ 40 ライトからなる群より選ばれる少なくとも一種の酸化物 系磁性体粉末(A)と、表面に電気絶縁層を形成した金 属系磁性体粉末(B)とを組み合わせて使用することに より、透磁率を高水準で保持しつつ、耐電圧(電気抵 抗)と飽和磁束密度とが共に高い軟磁性樹脂組成物の得 られることを見いだした。また、本発明の軟磁性樹脂組 成物は、シリコーンオイルなどの低弾性率化剤を配合す ると、耐電圧を特に髙水準にすることができる。本発明 は、これらの知見に基づいて完成するに至ったものであ る。

50 [0006]

10

【課題を解決するための手段】本発明によれば、合成樹 脂と軟磁性材料とを含有する軟磁性樹脂組成物におい て、該軟磁性材料が、Ni-Zn系フェライト及びMg - Zn系フェライトからなる群より選ばれる少なくとも 一種の酸化物系磁性体粉末(A)、並びに、表面に電気 絶縁層を形成した金属系磁性体粉末(B)を含有するも のであることを特徴とする軟磁性樹脂組成物が提供され る。

#### [0007]

【発明の実施の形態】本発明では、軟質磁性材料とし て、酸化物系磁性体粉末(A)と金属系磁性体粉末 (B) とを組み合わせて使用する。酸化物系磁性体粉末 としては、特定の軟質フェライトを選択して使用し、金 属系磁性体粉末としては、その表面に電気絶縁層を形成 したものを使用する。

# 酸化物系磁性体粉末(A)

軟質フェライトは、酸化第二鉄(FelO,)と二価の金 属酸化物 (MO) との化合物 (MO·Fe,O,) であ り、二価の金属酸化物の種類により、Mn-Zn系、M g-Zn系、Ni-Zn系、Cu-Zn系、Cu-Zn -Mg系、Cu-Ni-Zn系などの各種フェライトに 分類される。本発明では、多数の軟質フェライトの中か ら、Ni-Zn系フェライト及びMg-Zn系フェライ トを選択して使用する。Ni-Ζn系フェライト及びM g-乙n系フェライトは、それぞれ単独で、あるいは両 者を組み合わせて使用することができる。

【0008】Ni-Zn系フェライトとは、一般式(N iO) (ZnO)、·Fe,O,で表される組成を持つも のをいうが、Niの一部をCu、Mg、Co、Mn等の 他の二価金属で置換したものであってもよい。Ni-Z 30 n系フェライトは、本来の特性を損なわない範囲内で、 各種添加剤を加えたものでもよい。ヘマタイトの析出を 抑えるため、酸化鉄の含有量を調整したNi-Zn系フ ェライトが、本発明では特に好ましい。Mg-Zn系フ ェライトとは、一般式 (MgO)、(ZnO)、・Fe, O,で表される組成を持つものをいうが、Mgの一部を Ni、Cu、Co、Mn等の他の二価金属で置換したも のであってもよい。Mg-Zn系フェライトは、本来の 特性を損なわない範囲内で、各種添加剤を加えたもので もよい。ヘマタイトの析出を抑えるため、酸化鉄の含有 40 量を調整したMg-Zn系フェライトが、本発明では特 に好ましい。

【0009】本発明で使用するNi-Zn系フェライト 及びMg-Zn系フェライトは、公知の方法により得る ことができる。これらの軟質フェライトの主な原料は、 例えば、FeスOス、NiO、ZnO、MgOなどの金属 酸化物または金属炭酸塩などである。軟質フェライトの 製造方法としては、乾式法、共沈法、噴霧熱分解法など が代表的なものである。乾式法では、金属酸化物または

して機械的に混合し、焼成後、粉砕する。乾式法では、 原料混合物を仮焼成し、微粒子に粉砕した後、顆粒状に 造粒し、さらに本焼成した後、再度粉砕して軟質フェラ イト粉末とすることが好ましい。

【0010】共沈法では、金属塩の水溶液に強アルカリ を加えて水酸化物を沈殿させ、これを酸化して微粒子の フェライト粉末を得る。フェライト粉末は、造粒した 後、焼成し、次いで粉砕する。噴霧熱分解法では、金属 塩の水溶液を熱分解して微粒子状の酸化物を得る。との 酸化物粉末は、造粒した後、焼成し、次いで粉砕する。 これらの方法において、焼成した軟質フェライトは、例 えば、ハンマーミル、ロッドミル、ボールミル等によっ て粉砕し、目的の粒径を有する軟質フェライト粉末、す なわち酸化物系磁性体粉末(A)とする。

【0011】本発明では、酸化物系磁性体粉末(A)と して、空隙率が5%以下の軟質フェライト粉末を使用す ることが好ましい。軟質フェライト粉末の空隙率を小さ くすることにより、軟磁性樹脂組成物の耐電圧をさらに 向上させることができる。空隙率は、好ましくは3%以 下、より好ましくは2%以下である。磁性体粉末の空隙 率の測定法は、実施例において詳述する。空隙率の小さ な軟質フェライト粉末を得る方法としては、例えば、1 200℃を超える高温で焼成する方法、固相反応を促進 させる添加剤を使用する方法などが挙げられる。このよ うな添加剤としては、酸化銅などの銅化合物が好まし

【0012】本発明で使用する酸化物系磁性体粉末

(A)は、平均粒径が10μm以上1mm以下であるこ とが好ましい。酸化物系磁性体粉末(A)の平均粒径が 小さすぎると、軟磁性樹脂組成物の電気抵抗が低下する 傾向を示す。酸化物系磁性体粉末(A)の平均粒径が大 きすぎると、軟磁性樹脂組成物を成形する際、金型や成 形機などが摩耗し易くなる。酸化物系磁性体粉末(A) の平均粒径は、好ましくは15~750µm、より好ま しくは20~100μm程度である。

# 【0013】金属系磁性体粉末(B)

本発明で使用する表面に電気絶縁層を形成した金属系磁 性体粉末(B)は、粉末状の金属系軟磁性材料の表面に 電気絶縁層を形成したものである。金属系軟磁性材料と しては、純鉄系及び鉄基合金系軟磁性材料(磁性体粉 末)が好ましい。純鉄系軟磁性材料としては、メタル 粉、窒化鉄粉などが挙げられる。鉄基合金系軟磁性材料 としては、Fe-Si-Al合金(センダスト)粉末、 スーパーセンダスト粉末、Ni-Fe合金 (パーマロ イ)粉末、Co-Fe合金粉末、カルボニル鉄粉末、F e-Si-B系合金粉末などが挙げられる。これらの中 でも、磁性体粉末製造の際の生産性の点から、カルボニ ル鉄粉末、センダスト粉末、及びFe-Si-B系合金 粉末が特に好ましい。粉末状の金属系軟磁性材料は、そ 金属炭酸塩などの原料を所定の配合比となるように計算 50 のままでは電気抵抗が低すぎるため、酸化物系磁性体粉 5

末(A)と併用しても、充分に高い電気絶縁性を有する 軟磁性樹脂組成物を得ることが困難である。そこで、本 発明では、粉末状の金属系軟磁性材料の表面に電気絶縁 層を形成する。

【0014】電気絶縁層を形成する方法としては、例え ば、(1)粉末状の金属系軟磁性材料を減圧下または不 活性ガス雰囲気下に置き、極微量の酸素を供給して、加 熱することにより、その表面に金属酸化物膜を形成する 方法、(2)粉末状の金属系軟磁性材料に少量のシラン カップリング剤を添加・混合して、その表面にシランカ 10 ップリング剤の層を形成し、次いで、減圧下で加熱して シランカップリング剤を分解することにより、ケイ素酸 化物膜を形成する方法などが挙げられる。シランカップ リング剤としては、例えば、ビニルトリメトキシシラ ン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリクロロシラ ンなどが挙げられる。シランカップリング剤は、粉末状 の金属系軟磁性材料100重量部に対して、通常、0. 1~5重量部の範囲内で使用する。粉末状の金属系軟磁 性材料の表面に金属酸化物膜を形成した後、さらにその 上にケイ素酸化物膜を形成してもよい。なお、単なるシ 20 ランカップリング剤による表面処理を行う方法、あるい は染料層を表面に形成する方法では、充分な耐電圧を得 ることが困難である。表面に電気絶縁層を形成した金属 系磁性体粉末(Β)は、平均粒径が1μm以上1mm以 下であることが好ましい。金属系磁性体粉末(B)の平 均粒径が小さすぎると、得られる軟磁性樹脂組成物の電 気抵抗が低くなる傾向を示す。金属系磁性体粉末(B) の平均粒径が大きすぎると、合成樹脂と該金属系磁性体 粉末が分離する傾向を示す。

## 【0015】合成樹脂

本発明で使用する合成樹脂としては、例えば、ポリエチ レン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ピニル共重合 体、アイオノマーなどのポリオレフィン;ナイロン6、 ナイロン66、ナイロン6/66、ナイロン46、ナイ ロン12などのポリアミド:ポリフェニレンスルフィ ド、ポリフェニレンスルフィドケトン、ポリフェニレン スルフィドスルホンなどのポリアリーレンスルフィド; ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレ ート、全芳香族ポリエステルなどのポリエステル;ポリ イミド、ポリエーテルイミド、ポリアミドイミドなどの 40 ポリイミド系樹脂;ポリスチレン、アクリロニトリルー スチレン共重合体などのポリスチレン系樹脂:ポリ塩化 ビニル、ポリ塩化ビニリデン、塩化ビニル-塩化ビニリ デン共重合体、塩素化ポリエチレンなどの塩素含有ビニ ル系樹脂;ポリアクリル酸メチル、ポリメタクリル酸メ チルなどのポリ (メタ) アクリル酸エステル:ポリアク リロニトリル、ポリメタクリロニトリルなどのアクリロ ニトリル系樹脂; テトラフルオロエチレン/パーフルオ ロアルキルビニルエーテル共重合体、ポリテトラフルオ

プロピレン共重合体、ポリフッ化ピニリデンなどのフッ 素樹脂; ポリジメチルシロキサンなどのシリコーン樹 脂;ポリフェニレンオキシド、ポリエーテルエーテルケ トン、ポリエーテルケトン、ポリアリレート、ポリスル ホン、ポリエーテルスルホンなどの各種エンジニアリン グプラスチックス:ポリアセタール、ポリカーボネー ト、ポリ酢酸ビニル、ポリピニルホルマール、ポリピニ ルプチラール、ポリブチレン、ポリイソブチレン、ポリ メチルペンテン、ブタジエン樹脂、ポリエチレンオキシ ド、オキシベンゾイルポリエステル、ポリパラキシレン 樹脂などの各種熱可塑性樹脂;エポキシ樹脂、フェノー ル樹脂、不飽和ポリエステル樹脂などの熱硬化性樹脂: エチレンプロピレンゴム、ポリブタジエンゴム、スチレ ンブタジェンゴム、クロロプレンゴムなどのエラストマ ー;スチレンーブタジエンースチレンブロック共重合体 などの熱可塑性エラストマー;及びこれらの2種以上の

混合物が挙げられる。これらの中でも、ポリエチレン、

ポリプロピレンなどのポリオレフィン、ポリアミド、ポ

リフェニレンスルフィド、及びエポキシ樹脂は、成形性

# の点からみて特に好ましい。 【0016】軟磁性樹脂組成物

本発明の軟磁性樹脂組成物は、合成樹脂に、軟磁性材料として、Ni-Zn系フェライト及びMg-Zn系フェライトからなる群より選ばれる少なくとも一種の酸化物系磁性体粉末(A)、並びに、表面に電気絶縁層を形成した金属系磁性体粉末(B)を分散させたものである。合成樹脂100重量部に対する軟磁性材料(A+B)の配合割合は、通常100~2000重量部、好ましくは200~1500重量部、より好ましくは250~1000重量部である。軟磁性材料の配合割合が小さすぎると、充分な透磁性や飽和磁束密度を持つ軟磁性樹脂組成物を得ることが困難である。軟磁性材料の配合割合が大きすぎると、樹脂組成物の流動性が低下して成形が困難になる。

【0017】軟磁性材料は、通常、酸化物系磁性体粉末(A)10~90重量%と金属系磁性体粉末(B)90~10重量%とからなる組成を有することが好ましい。酸化物系磁性体粉末(A)の割合が小さすぎると耐電圧が不充分となり、大きすぎると飽和磁束密度が小さくなる。酸化物系磁性体粉末(A)の割合は、より好ましくは20~80重量%、さらに好ましくは25~75重量%である。金属系磁性体粉末(B)の割合は、より好ましくは80~20重量%、さらに好ましくは75~25重量%である。両者をこれらの範囲内で併用することにより、適度の透磁率を有すると共に、耐電圧と飽和磁束密度とが高水準でパランスした軟磁性樹脂組成物を得ることができる。軟磁性樹脂組成物は、前記各成分を均一に混練することにより得ることができる。

ロアルキルビニルエーテル共重合体、ポリテトラフルオ 【0018】本発明では、前記各成分に加えて、低弾性 ロエチレン、テロラフルオロエチレン/ヘキサフルオロ 50 率化剤を添加することが好ましい。低弾性率化剤を添加 すると、得られる軟磁性樹脂組成物の耐電圧を安定的に 高水準とすることができる。合成樹脂と各磁性体粉末と を混練する際に、金属系磁性体粉末(B)の表面に形成 した電気絶縁層が破壊されると、得られる軟磁性樹脂組 成物の耐電圧が低下する。また、電気抵抗の高い磁性体 粉末を配合した樹脂組成物を成形すると、成形体中の残 留応力によると推定される電気抵抗の低下がみられる。 低弾性率化剤を添加すると、金属系磁性体粉末(B)の 電気絶縁層の破壊が抑制され、残留応力も小さくなるた め、耐電圧を安定的に高水準とすることができるものと 10 推定される。

【0019】低弾性率化剤としては、シリコーンオイル が好ましい。シリコーンオイルの中でも、エポキシ変成 シリコーンオイルが軟磁性樹脂組成物の耐電圧を高くす る点で特に好ましい。低弾性率化剤は、合成樹脂と軟磁 性材料 (A+B) との合計量100重量部に対して、通 常0.1~10重量部、好ましくは0.5~5重量部の 割合で使用される。低弾性率化剤の配合割合が小さすぎ ると効果が充分ではなく、大きすぎると機械的物性や磁 気特性が低下するおそれが生じる。本発明の軟磁性樹脂 20 組成物には、機械的特性、耐熱性などを改善するため に、繊維状充填材、板状充填材、球状充填材などの各種 充填材を含有させることができる。また、本発明の軟磁 性樹脂組成物には、必要に応じて、難燃化剤、酸化防止 剤、着色剤などの各種添加剤を配合することができる。 【0020】本発明の軟磁性樹脂組成物は、各成分を均 一に混練することにより製造することができる。例え ば、磁性体粉末と合成樹脂の各所定量をヘンシェルミキ サーなどの混合機により混合し、溶融混練することによ り、樹脂組成物を製造することができる。本発明の軟磁 30 性樹脂組成物は、射出成形、押出成形、圧縮成形などの 各種成形方法により、所望の形状の成形体に成形すると とができる。得られた成形体は、優れた透磁性を有する ととに加えて、耐電圧及び飽和磁束密度が共に高い。し たがって、本発明の軟磁性樹脂組成物は、例えば、コイ ル、トランス、ラインフィルター、電磁波遮断材などの 広範な用途に適用することができる。

#### [0021]

【実施例】以下に実施例及び比較例を示して、本発明を さらに詳細に説明する。ただし、本発明は、これらの実 40 施例のみに限定されるものではない。各種物性の測定方 法は、次のとおりである。

### (1) 耐電圧の測定方法

厚さ0.8mmの板状成形品の両側に円盤型電極を接触させ、菊水電子工業社製の耐圧試験機TOS5050を使用し、測定温度23°Cにおいて、カットオフ(cutoff)電流を1mAとし、60秒間印加可能な最大の交流電圧を求めた。

(2)飽和磁束密度及び透磁率の測定方法 JIS C-2561に準拠して測定した。

#### (3) 磁性体粉末の空隙率の測定方法

厚さ0.8mmの板状成形品を、磁性体粉末の断面が見えるまで研磨した後、日本電子社製の走査電子顕微鏡JSM-630Fを使用し、磁性体粉末の断面を観察した。10個の磁性体粉末内部の空隙率を、日本電子社製の画像処理装置JED-2100を使用し、面積を基準として算出した。

【0022】[実施例1]MgO(10.9重量%)、 ZnO(14.8重量%)、CuO(1.2重量%)、 MnO(3.2重量%)、CaO(0.16重量%)、 SiO, (0.07重量%)、NiO(0.06重量 %)、Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0.3重量%)、PbO(0.01重 量%)、及びFe<sub>2</sub>O<sub>2</sub>(69.3重量%)からなる混合 物を約1000℃で仮焼成し、次いで粉砕した後、常法 に従ってスプレードライヤを用いて造粒した。得られた 顆粒状物を1350℃で約3時間焼成し、Mg-Zn系 フェライトの燒結体を得た。この燒結体をハンマーミル で粉砕し、平均粒径47μmの粉末を得た。得られた粉 末の比重は4.6g/ccであった。一方、市販の球状 カルボニル鉄粉末(BASF社製、EN)を真空乾燥機 に入れ、一旦減圧した後、アルゴンガスを充填した。次 いで、極く微量の空気を導入した後、100℃まで加熱 して、カルボニル鉄粉末の表面に金属酸化物膜を形成し た。このようにして得られた磁性体粉末100重量部に 対して、2重量部のシランカップリング剤 (ビニルトリ メトキシシラン)を添加し、ヘンシルミキサーで攪拌し て、表面にシランカップリング剤の層を形成した。さら に、磁性体粉末を真空容器へ移し、減圧下で450℃ま で加熱しシランカップリング剤を分解して、表面にケイ 素酸化物膜を形成した。とのようにして、表面に電気絶 縁層を形成したカルボニル鉄粉末を得た。

【0023】前記で得られたMg-Zn系フェライト粉 末8.5 kg、表面に電気絶縁層を形成したカルボニル 鉄粉末8.5kg、及びポリフェニレンスルフィド(呉 羽化学工業社製:310℃、剪断速度1000秒~1にお ける溶融粘度が約20Pa・s) 3.0kgを秤量し、 20 Lヘンシルミキサーで混合した。次いで、エポキシ 変性シリコーンオイル400gを添加した。得られた混 合物を280~330℃の温度に設定した2軸押出機へ 供給して、溶融混練を行い、ペレット状組成物を得た。 このようにして得られたペレット状組成物を射出成型機 (日本製鋼所社製JW-75E)へ供給し、シリンダー 温度280~310℃、射出圧力約1000kgf/c m<sup>2</sup>、金型温度約160℃にて、10mm×130mm ×0.8mmの板状成形品を得た。得られた成形品の耐 電圧を測定したところ4000Vであった。Mg-Zn 系フェライト粉末の空隙率を求めたところ、1%であっ た。また、前記で得られたペレット状組成物を射出成型 機(日精樹脂社製PS-10E)へ供給し、シリンダー 50 温度280~310℃、射出圧力約1000kgf/c m<sup>1</sup>、金型温度約160°Cにて、円柱状サンプル(直径 20mm、高さ7mm)及びトロイダルコアを成形し た。円柱状サンプルを使用し、飽和磁束密度を測定した ととろ、5140ガウスであった。得られたトロイダル コアを用いて透磁率を測定したところ、13であった。 以上の結果を表1に示す。

【0024】 [実施例2] 実施例1において、Mg-Z n系フェライト粉末8.5kgを5.0kgに、表面に 電気絶縁層を形成したカルボニル鉄粉末8.5kgを1 と同様の操作を行った。その結果を表1に示す。

【0025】[実施例3]実施例1において、Mg-Z n系フェライト粉末8.5 kgを12.0 kgに、表面 に電気絶縁層を形成したカルボニル鉄粉末8.5kgを 5.0kgに、それぞれ変更したこと以外は、実施例1 と同様の操作を行った。その結果を表1に示す。

【0026】[比較例1]実施例1において、磁性体粉 末として、表面に電気絶縁層を形成したカルボニル鉄粉 末を使用することなく、Mg-Zn系フェライト粉末1 7. 0 kgを用いたこと以外は、実施例1と同様の操作 20 を行った。その結果を表1に示す。

【0027】[比較例2]実施例1において、磁性体粉 末として、Mg-Zn系フェライト粉末を使用すること なく、表面に電気絶縁層を形成したカルボニル鉄粉末1 7.0kgを用いたこと以外は、実施例1と同様の操作 を行った。その結果を表1に示す。

【0028】[比較例3]実施例1において、表面に電 気絶縁層を形成したカルボニル鉄粉末に代えて、表面絶 縁処理を行っていない球状カルボニル鉄粉末(BASF 社製、EN)を用いたこと以外は、実施例1と同様の操 30 作を行った。その結果を表1に示す。

【0029】[実施例4] NiO(6.7重量%)、Z nO(20.2重量%)、CuO(6.6重量%)、M nO(0.2重量%)、及びFe,O,(66.3重量

10

%) からなる混合物を約1000℃で仮焼成し、次いで 粉砕した後、常法に従ってスプレードライヤを用いて造 粒した。得られた顆粒状物を1300℃で約2時間焼成 し、Ni-Zn系フェライトの燒結体を得た。との燒結 体をハンマーミルで粉砕し、平均粒径50μmの粉末を 得た。得られた粉末の比重は、5.2g/ccであっ た。一方、市販の球状カルボニル鉄粉末(BASF社 製、EN)を真空乾燥機に入れ、一旦減圧した後、アル ゴンガスを充填した。次いで、極く微量の空気を導入し 2.0kgに、それぞれ変更したこと以外は、実施例 1 10 た後、100℃まで加熱して、カルボニル鉄粉末の表面 に金属酸化物膜を形成した。このようにして得られた磁 性体粉末100重量部に対して、2重量部のシランカッ プリング剤(ビニルトリメトキシシラン)を添加し、へ ンシルミキサーで攪拌して、表面にシランカップリング 剤の層を形成した。さらに、磁性体粉末を真空容器へ移 し、減圧下で450℃まで加熱してシランカップリング 剤を分解し、表面にケイ素酸化物膜を形成した。このよ うにして、表面に電気絶縁層を形成したカルボニル鉄粉 末を得た。このようにして得られたNi-Zn系フェラ イト粉末8.5 kg、表面に電気絶縁層を形成したカル ボニル鉄粉末8.5 kg、及びポリフェニレンスルフィ ド(呉羽化学工業社製:310℃、剪断速度1000秒 -1における溶融粘度約20Pa・s)3.0kgを秤量 し、以下実施例1と同様の操作を行った。フェライト粉 末中の空隙率は、3%であった。その結果を表1に示 す。

> 【0030】 [実施例5] 実施例4において、Ni-Z n系フェライト粉末8.5kgを7.5kgに、表面に 電気絶縁層を形成したカルボニル鉄粉末8.5 kgを 7. 5 kg に、そしてポリフェニレンスルフィド3. 0 kgを5.0kgに、それぞれ変更したこと以外は、実 施例4と同様の操作を行った。その結果を表1に示す。 [0031]

【表1】

İ			実施例			比較例			実施例	
			. 1	2	3	1	2	3	4	5
組成物	樹脂 (重量%)	PPS	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	25.0
	酸化物系磁性体粉末	Ng-Zn7±941	42.5	25.0	60.0	85.0		42.5		_
	(重量%)	Ni-Zn7z741	_	_	_	_		_	42.5	37.5
	金属系磁性体粉末	加松龄 (*1)	42.5	60.0	25.0	_	85.0	_	42.5	37.5
	(重量%)	加仁缺 (*2)	_	-	÷	_	-	42.5		_
	添加剤(重量部)	<b>ソリコーンオイル(*3)</b>	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
物性	耐電圧	(V)	4000	3500	4000	5000	1000	1000	3500	5000
	透磁率	_	13	11	15	17	8	13	14	11
	飽和磁束密度	(ガウス)	5140	5361	3674	2236	8736	5160	5484	3854

# 【0032】(脚注)

(\*1)表面に電気絶縁層を形成したカルボニル鉄粉末

11

(\*2)表面絶縁処理を行っていないカルボニル鉄粉末

(\*3) エポキシ変性シリコーンオイル; その重量部は、(樹脂+磁性体粉末) 100重量部に対する値である。

【0033】[実施例6]実施例1において、ベレット ンフィルター等の高い耐電圧と高い飽和磁束密度が要求 状組成物を調製するに際し、エポキシ変性シリコーンオ される成形体に適用することができる。これらの成形体 イルを添加しなかったこと以外は、実施例1と同様の操 30 は、従来使用が制限されていた条件下での使用が可能で 作を行った。その結果、飽和磁束密度は5152ガウス ある。 と高く、透磁率は13であったが、耐電圧は1500V

程度であった。

[0034]

【発明の効果】本発明によれば、高い透磁率を有すると 共に、電気抵抗と飽和磁束密度が高水準でパランスした 軟磁性樹脂組成物が提供される。したがって、本発明の 軟磁性樹脂組成物は、例えば、コイル、トランス、ライ ンフィルター等の高い耐電圧と高い飽和磁束密度が要求 される成形体に適用することができる。これらの成形体 は、従来使用が制限されていた条件下での使用が可能で ある。